

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ВИНА, ВИНОМАТЕРИАЛЫ И КОНЬЯЧНЫЕ СПИРТЫ

ГОСТ
14351—73*Метод определения свободной и общей
сернистой кислоты

Взамен

ГОСТ 14351—69

Wines, wine materials and cognac spirits.

Method for determination of free and total sulphurous acid

ОКСТУ 9109

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 7 июля 1973 г. № 1840
срок действия установлен

01.01.75

Ограничение срока действия снято по Протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт распространяется на виноградные, плодово-ягодные, шампанские, игристые вина, виноматериалы, коньячные спирты и устанавливает йодометрический метод определения свободной и общей сернистой кислоты.

Метод основан на окислении сернистой кислоты йодом в кислой среде в серную кислоту. Индикатором служит крахмал. Связанная сернистая кислота предварительно разрушается под действием щелочи, а затем подкисленная серной кислотой, переводится в свободное состояние.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4257—83.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1а. ОТБОР ПРОБ

1а.1. Отбор проб — по ГОСТ 14137—74.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

1.1. Для проведения анализа применяют:

весы по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности и 1 кг, 3-го класса точности;

колбы Кн-250 по ГОСТ 25336—82;

пипетки 2—2—1 или 1—2—1; 6—2—10 или 7—2—10; 2—2—50 или 3—2—50;

бюretки 1—2—25—0,1;

колбы 2—250—2 или 1—250—2; 2—1000—2 или 1—1000—2 по ГОСТ 1770—74;

цилиндры 1—10; 1—25 или 3—25; 1—50 или 3—50; 1—250 или 3—250 по ГОСТ 1770—74;

стаканы В-1—250 или В-1—150, или Н-1—250, или Н-1—150 по ГОСТ 25336—82;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77 концентрированную и раствор массовой концентрацией 180 г/дм³;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 или калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор *c* (NaOH) или *c* (KOH) = 4 моль/дм³, взвешивание проводят с погрешностью не более 0,1 г;

этилендиамин — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты динатриевую соль (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор массовой концентрацией 30 г/дм³, взвешивание проводят с погрешностью не более 0,1 г;

крахмал по ГОСТ 10163—76, раствор готовят по ГОСТ 4919.1—77; йод, раствор $c(1/2J_2) = 0,02$ моль/дм³, готовят ежедневно из раствора $c(1/2J_2) = 0,1$ моль/дм³, который готовят из стандарт-титра (фиксанала); воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72; формалин технический по ГОСТ 1625—89, раствор массовой концентрацией 10 г/дм³; барий сернокислый по ГОСТ 3158—75; суспензию готовят следующим образом: к 20—25 г сернокислого бария добавляют 100 см³ воды и перемешивают; перед употреблением суспензию взбалтывают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

2.1. Определение свободной сернистой кислоты

2.1.1. При анализе белых вин и коньячного спирта из только что открытой бутылки отмеривают пипеткой 50 см³ вина или виноматериалов в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 3 см³ раствора серной кислоты, по 1 см³ растворов трилона Б и крахмала и сразу же титруют раствором йода до появления сине-фиолетовой окраски, не исчезающей 15 с.

При анализе коньячного спирта перед титрованием к пробе прибавляют 100 см³ воды.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1.2. При анализе красных вин или виноматериалов готовят контрольный раствор, с которым сравнивают окраску анализируемого раствора при титровании. Для этого по 50 см³ вина или виноматериалов отмеривают пипеткой в две конические колбы и в каждую, помимо растворов, указанных в п. 2.1.1, перед титрованием добавляют цилиндром по 50 см³ суспензии сернокислого бария. Смесь в одной из колб служит контрольным раствором. Смесь в другой колбе сразу титруют раствором йода, сравнивая ее окраску с окраской контрольного раствора. Так как осадок сернокислого бария быстро оседает, то контрольный раствор следует периодически взбалтывать до получения однородной суспензии. Титрование заканчивают при появлении в окраске анализируемого раствора сине-фиолетового оттенка, не исчезающего 15 с.

2.2. Определение связанный сернистой кислоты

2.2.1. Сразу же после титрования свободной сернистой кислоты добавляют 8 см³ раствора гидроокиси натрия или калия, закрывают пробкой, перемешивают и оставляют на 5 мин. После этого прибавляют 10 см³ раствора серной кислоты и немедленно титруют раствором йода до появления сине-фиолетовой окраски, не исчезающей в течение 15 с. Вновь прибавляют 20 см³ раствора гидроокиси натрия или калия, перемешивают, закрывают пробкой и оставляют на 5 мин. Затем добавляют 200 см³ холодной дистиллированной воды (с температурой не выше 8 °C). Тщательно перемешивают, вносят 30 см³ раствора серной кислоты и сразу же титруют раствором йода.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2. При анализе красных вин или виноматериалов проводят те же операции, которые указаны в п. 2.2.1, но перед титрованием в анализируемую смесь вносят 50 см³ суспензии сернокислого бария. Титрование проводят, как указано в п. 2.1.2, используя для сравнения окраски тот же контрольный раствор, который применяют при определении свободной сернистой кислоты.

2.2.2а. Если массовая концентрация общей сернистой кислоты ниже установленных норм более чем на 10 мг/дм³, то допускается производить ее определение следующим образом. В коническую колбу вносят 7 см³ раствора гидроокиси натрия или калия, 20 см³ воды и после перемешивания вносят 50 см³ вина, виноматериала или коньячного спирта, держа конец пипетки погруженным в раствор щелочи. Смесь перемешивают и оставляют на 15 мин. Затем вносят 15 см³ раствора серной кислоты (в коньячный спирт предварительно добавляют 100 см³ воды), по 1 см³ растворов трилона Б и крахмала и сразу же титруют раствором йода. При анализе красных вин или виноматериалов перед титрованием в анализируемую смесь вносят 50 см³ суспензии сернокислого бария. Окраску анализируемого раствора при титровании сравнивают с окраской контрольного раствора, как указано в п. 2.1.2.

2.2.2б. При разногласиях в оценке качества определение общей сернистой кислоты проводят по п. 2.2.1.

2.2.2а, 2.2.2б. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

2.3. Внесение поправки на вещества, окисляемые йодом

2.3.1. При арбитражных анализах или в случаях, когда содержание сернистой кислоты равно предельно допустимому или выше, вносят поправку на компоненты вин, виноматериалов или

коньячного спирта, которые так же, как и сернистая кислота, могут окисляться йодом в кислой среде.

50 см³ вина, виноматериалов или коньячного спирта отмеривают пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 5 см³ раствора формалина, колбу закрывают пробкой и оставляют на 30 мин. Затем добавляют 3 см³ раствора серной кислоты, по 1 см³ растворов трилона Б и крахмала (в коньячный спирт еще 100 см³ дистиллированной воды) и титруют раствором йода до появления сине-фиолетовой окраски, не исчезающей 15 с. В красные вина или виноматериалы перед титрованием добавляют 50 см³ суспензии сернокислого бария и титрование проводят, как указано в п. 2.1.2.

3. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

3.1. Массовую концентрацию свободной (X_1) и общей (X_2) сернистой кислоты в мг/дм³ вычисляют по формулам:

$$X_1 = 0,64 \cdot V_1 \cdot 20 = 12,8 \cdot V_1;$$

$$X_2 = 0,64(V_1 + V_2 + V_3) \cdot 20 = 12,8(V_1 + V_2 + V_3),$$

где 0,64 — количество сернистой кислоты, соответствующее 1 см³ раствора йода с (1/2J₂) = 0,02 моль/дм³, мг;

V_1 — объем раствора йода с (1/2J₂) = 0,02 моль/дм³, израсходованный на титрование свободной сернистой кислоты, см³;

V_2 и V_3 — объем раствора йода с (1/2J₂) = 0,02 моль/дм³, израсходованный на первое и второе титрование связанной сернистой кислоты, см³;

20 — коэффициент пересчета результатов анализа на 1 дм³.

3.2. При внесении поправки массовую концентрацию свободной и общей сернистой кислоты вычисляют по формулам:

$$X_1 = 12,8(V_1 - V_4);$$

$$X_2 = 12,8(V_1 + V_2 + V_3 - V_4),$$

V_4 — объем раствора йода с (1/2J₂) = 0,02 моль/дм³, израсходованный на титрование пробы, в которую был добавлен раствор формалина, см³.

3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2а. При определении сернистой кислоты по п. 2.2а массовую концентрацию общей сернистой кислоты (X_2) вычисляют по формуле

$$X_2 = 12,8 \cdot V_5,$$

где V_5 — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.3. Вычисление проводят до первого десятичного знака. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений и округляют его до целого числа.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4. Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать для свободной сернистой кислоты в виноматериалах и винах и общей сернистой кислоты в коньячных спиртах 1,3 мг/дм³, для общей сернистой кислоты в виноматериалах и винах — 3,1 мг/дм³.

3.5. Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух измерений общей сернистой кислоты, полученными в разных лабораториях, для одной партии при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать 8 мг/дм³.

3.4; 3.5. (Введены дополнительно, Изм. № 3).